

## PATENT COOPERATION TREATY

PCT

## NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Assistant Commissioner for Patents  
United States Patent and Trademark  
Office  
Box PCT  
Washington, D.C.20231  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year)  
15 June 2000 (15.06.00)

International application No.  
PCT/EP99/08779

Applicant's or agent's file reference  
WW 5522-WO Pt

International filing date (day/month/year)  
15 November 1999 (15.11.99)

Priority date (day/month/year)  
27 November 1998 (27.11.98)

Applicant

SCHLESIGER, Hartwig

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:  
19 May 2000 (19.05.00)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was

☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO  
34, chemin des Colombettes  
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

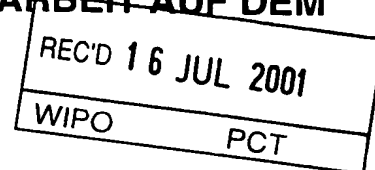
Authorized officer

Olivia RANAIVOJAONA

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

# VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

## PCT



### INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)



Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts <b>WW 5522-WO</b>	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416)	
Internationales Aktenzeichen <b>PCT/EP99/08779</b>	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) <b>15/11/1999</b>	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag) <b>27/11/1998</b>
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK <b>C08B11/20</b>		
Anmelder <b>WOLFF WALSRODE AKTIENGESELLSCHAFT et al</b>		

- Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
- Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 6 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.
  - ☐ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Berichts
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☒ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags  <b>19/05/2000</b>	Datum der Fertigstellung dieses Berichts  <b>13.07.2001</b>
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:   Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter  <b>Radke, M</b>  Tel. Nr. +49 89 2399 8677  

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP99/08779

## I. Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):  
**Beschreibung, Seiten:**

1-10                      ursprüngliche Fassung

### **Patentansprüche, Nr.:**

1-9                      ursprüngliche Fassung

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung,              Seiten:
- ☐ Ansprüche,                Nr.:
- ☐ Zeichnungen,              Blatt:

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

*(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen).*

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

**V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

**1. Feststellung**

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche	2,5,6,8,9
	Nein: Ansprüche	1,3,4 und 7
Erfinderische Tätigkeit (ET)	Ja: Ansprüche	
	Nein: Ansprüche	2,5,6,8,9
Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)	Ja: Ansprüche	1-9
	Nein: Ansprüche	

- 2. Unterlagen und Erklärungen**  
**siehe Beiblatt**

**VIII. Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung**

Zur Klarheit der Patentansprüche, der Beschreibung und der Zeichnungen oder zu der Frage, ob die Ansprüche in vollem Umfang durch die Beschreibung gestützt werden, ist folgendes zu bemerken:  
**siehe Beiblatt**

**Zu Punkt V**

**Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der  
erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und  
Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

**1. Zitierte Literatur**

(a) Es wird auf die folgenden Dokumente verwiesen:

**D1: US-A-5 480 984**

**D2: DE 15 43 116 A**

**D3: DE 20 16 203 A**

(b) In den folgenden Ausführungen wird Seite oder Spalte A, Zeile B bis C zitiert als A/B-C. Auch Leerzeilen werden als Zeilen gezählt.

**2. Neuheit**

(a) Dokument D1 beschreibt im Beispiel 4 die Zugabe von 10,9 kg HEC zu einer auf 80 °C erhitzten wässrigen H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Lösung (23,5 kg H<sub>2</sub>O, 0,7 kg 50 %ige H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) und die Reaktion der Mischung bei 90-95 °C während ca. 7 h unter starken Rühren.

(b) Es ist davon auszugehen, dass nach dieser langen Reaktionszeit mindestens ca. 90 % des H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> verbraucht ist.

(c) Daher ist der Gegenstand der Ansprüche 1, 3, 4 und 7 nicht neu.

**3. Erfinderische Tätigkeit**

(a) Dokument D1 wird als nächstliegender Stand der Technik betrachtet, da es ebenfalls ein Verfahren zur Viskositätsminderung von Celluloseethern direkt nach der Veretherung betrifft (s. D1, 3/3-8).

- (b) Die stufenweise Zugabe von  $H_2O_2$  gemäß Anspruch 2 ist naheliegend aufgrund D1, 3/14-30 und Anspruch 3.
- (c) Die pH-Einstellung gemäß Anspruch 6 ist eine fachübliche Maßnahme (s. D2, Anspruch 3).
- (d) Der Gegenstand der Ansprüche 8 und 9 unterscheidet sich von der Offenbarung aus Beispiel 4 von D1 dadurch, dass
- ein anderer Celluloseether eingesetzt wird, und zwar
  - in Form eines wasserfeuchten Filterkuchens.
- Die Auswahl der Celluloseether gemäß Anspruch 8 und 9 ist naheliegend, da diese auch in D1 als bevorzugt beansprucht werden (s. D1, Ansprüche 2 und 4, insbesondere 5/54-56). Der Einsatz dieser Celluloseether als wasserfeuchter Filterkuchen - und somit auch der Gegenstand des vorliegenden Anspruchs 5 - wird nahegelegt in D2 (s. D2, 5/2-18).
- (e) Auch Dokument D3 betrifft ein Verfahren zur Viskositätsminderung von Celluloseethern direkt nach der Veretherung. Folgende Stellen aus D3 erschienen relevant für die folgenden der vorliegenden Ansprüche:
- |             |   |
|-------------|---|
| Anspruch 1: | D3, Anspruch 1, Beispiel 1 und S. 6, 2. Absatz; |
| Anspruch 2: | D3, 6/10-13;                                    |
| Anspruch 3: | D3, 3/6;  |
| Anspruch 4: | D3, 6/3-5; Tabelle IV;                          |
| Anspruch 7: | D3, Beispiel 1.                                 |

## **Zu Punkt VIII**

### **Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung**

#### **1. Klarheit der Ansprüche**

Der im Anspruch 1 angegebene vage Bereich "mindestens ca. 90 %" macht den Anspruch unklar.

2. Knappe Fassung der Ansprüche (Art. 6 PCT)

- (a) Die bevorzugten Merkmale in den Ansprüchen 4 bis 6, welche durch das Wort "vorzugsweise", "bevorzugt" oder dergleichen gekennzeichnet sind, stellen Merkmale dar, die den Gegenstand der Ansprüche nicht beschränken (s. PCT-Prüfungsrichtlinien III, 4.6). Daher sind diese Merkmale "offensichtlich belanglos oder unnötig" (Regel 9.1 iv) PCT). Aufgrund dieser überflüssigen Merkmale sind die Ansprüche nicht knapp gefaßt und erfüllen nicht die Erfordernisse des Artikels 6 PCT.
- (b) Der abhängige Anspruch 4 ist überflüssig, da er keine zwingenden Merkmale enthält, die ihn gegenüber den vorstehenden Ansprüchen einschränken.

Translation

09/85545

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference WW 5522-WO Pt	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP99/08779	International filing date (day/month/year) 15 November 1999 (15.11.99)	Priority date (day/month/year) 27 November 1998 (27.11.98)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C08B 11/20		
Applicant WOLFF WALSRÖDE AKTIENGESELLSCHAFT		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.	
2. This REPORT consists of a total of <u>6</u> sheets, including this cover sheet.	
<input type="checkbox"/>	This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).
These annexes consist of a total of _____ sheets.	
3. This report contains indications relating to the following items:	
I <input checked="" type="checkbox"/>	Basis of the report
II <input type="checkbox"/>	Priority
III <input type="checkbox"/>	Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
IV <input type="checkbox"/>	Lack of unity of invention
V <input checked="" type="checkbox"/>	Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
VI <input type="checkbox"/>	Certain documents cited
VII <input type="checkbox"/>	Certain defects in the international application
VIII <input checked="" type="checkbox"/>	Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 19 May 2000 (19.05.00)	Date of completion of this report 13 July 2001 (13.07.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.



# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP99/08779

## I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.*):

☐ the international application as originally filed.

☒ the description, pages 1-10, as originally filed,  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_,  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

☒ the claims, Nos. 1-9, as originally filed,  
Nos. \_\_\_\_\_, as amended under Article 19,  
Nos. \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
Nos. \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_,  
Nos. \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_, as originally filed,  
sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_,  
sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

☐ the description, pages \_\_\_\_\_

☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_

☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.  
PCT/EP 99/08779

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

### 1. Statement

Novelty (N)	Claims	2, 5, 6, 8, 9	YES
	Claims	1, 3, 4 and 7	NO
Inventive step (IS)	Claims		YES
	Claims	2, 5, 6, 8, 9	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-9	YES
	Claims		NO

### 2. Citations and explanations

#### 1. Citations

- (a) This report makes reference to the following documents:

**D1: US-A-5 480 984**

**D2: DE-A-15 43 116**

**D3: DE-A-20 16 203.**

- (b) In the following explanations, page or column A, lines B to C, is cited as A/B-C. Blank lines are also counted as lines.

#### 2. Novelty

- (a) Document D1 describes in Example 4 the admixture of 10.9 kg HEC to an aqueous  $H_2O_2$  solution heated to  $80^\circ C$  (23.5 kg  $H_2O$ , 0.7 kg 50%  $H_2O_2$ ), the mixture being then reacted at  $90-95^\circ C$  during approximately 7 hours while it is strongly stirred.
- (b) It must be assumed that after this long reaction time at least approximately 90% of the  $H_2O_2$  are consumed.

- (c) The subject matter of Claims 1, 3, 4 and 7 is therefore not novel.

**3. Inventive step**

- (a) Document D1 is considered the closest prior art, since it also concerns a method for reducing the viscosity of cellulose ethers immediately after etherification (see D1, 3/3-8).
- (b) The gradual admixture of  $H_2O_2$  as per Claim 2 is obvious in view of D1 (see 3/14-30 and Claim 3).
- (c) The pH adjustment as per Claim 6 is normal trade practice (see D2, Claim 3).
- (d) The subject matter of Claims 8 and 9 differs from the disclosure in Example 4 of D1 in that
- another cellulose ether is used
  - in the form of a filter cake moistened with water.

The selection of cellulose ether as per Claims 8 and 9 is obvious, since this is also claimed as preferable in D1 (see D1, Claims 2 and 4, in particular 5/54-56). The use of these cellulose ethers as filter cakes moistened with water, and hence also the subject matter of the present Claim 5, is suggested by D2 (see D2, 5/2-18).

- (e) Document D3 also concerns a method for reducing the viscosity of cellulose ethers immediately after etherification. The following passages of D3 appear to be relevant to the following present claims:
- Claim 1: D3, Claim 1, Example 1 and page 6,

**INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT**

International application No.

PCT/EP 99/08779

paragraph 2;

Claim 2: D3, 6/10-13;

Claim 3: D3, 3/6;

Claim 4: D3, 6/3-5; Table IV;

Claim 7: D3, Example 1.

## VIII. Certain observations on the international application

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:

## 1. Clarity of the claims

The vague range "at least **approximately** 90%" indicated in Claim 1 makes this claim unclear.

## 2. Conciseness of the claims (PCT Article 6)

- (a) The preferred features in Claims 4-6, which are specified by words such as "preferably", represent features which do not restrict the claimed subject matter (see PCT Guidelines, Chapter III, 4.6). Consequently, these features are "obviously irrelevant or unnecessary" (PCT Rule 9.1(iv)). Owing to these superfluous features, the claims are not concise and do not meet the requirements of PCT Article 6.
- (b) Dependent Claim 4 is superfluous, since it does not contain any compelling features which restrict it in relation to the preceding claims.

PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro



INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation <sup>7</sup> : <b>C08B 11/20</b>		<b>A1</b>	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 00/32636</b> (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 8. Juni 2000 (08.06.00)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP99/08779 (22) Internationales Anmeldedatum: 15. November 1999 (15.11.99) (30) Prioritätsdaten: 198 54 770.6 27. November 1998 (27.11.98) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): WOLFF WALSRODE AKTIENGESellschaft [DE/DE]; D-29655 Walsrode (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SCHLESIGER, Hartwig [DE/DE]; Vogteistrasse 20, D-29683 Fallingb. (DE). (74) Anwalt: PETTRICH, Klaus-Günter, Bayer Aktiengesellschaft, D-51368 Leverkusen (DE).		(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).  Veröffentlicht Mit internationalem Rechenbericht.	
(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF LOW-VISCOUS WATER-SOLUBLE CELLULOSE ETHERS (54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG NIEDRIGVISKOSER WASSERLÖSLICHER CELLULOSEETHER (57) Abstract <p>Disclosed is a method for producing low-viscous water-soluble cellulose ethers by oxidative degradation of higher viscous cellulose ethers with hydrogen peroxide. The higher viscous cellulose ether is intensely mixed with an aqueous solution of hydrogen peroxide at temperatures of 65–125 °C. The mixing ratio is chosen in such a way that the quantity of hydrogen peroxide is 0.1–10 wt. % in relation to the dry cellulose ether, that the solids content of the mixture is not lower than 25 wt. % in relation to the whole quantity of the mixture and that the mixture is then kept in motion at temperatures of 65–125 °C until at least approximately 90 % of the hydrogen peroxide is used.</p> (57) Zusammenfassung <p>Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether durch oxidativen Abbau höherviskoser Celluloseether mit Wasserstoffperoxid, bei dem man den höherviskosen Celluloseether intensiv mit einer wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid bei Temperaturen von 65–125 °C mischt, wobei das Mischungsverhältnis so gewählt wird, daß der Gehalt an Wasserstoffperoxid, bezogen auf den trockenen Celluloseether, 0,1–10 Gew.-% beträgt, der Feststoffgehalt des Gemisches 25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge des Gemisches, nicht unterschreitet und man das Gemisch dann bei Temperaturen von 65–125 °C, bis zum Verbrauch von mindestens ca. 90 % des Wasserstoffperoxides, bewegt hält.</p>			

### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshjan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland			TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	NZ	Neuseeland		
CM	Kamerun			PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

### Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether

Die technologischen Eigenschaften der Celluloseether hängen stark von der Viskosität ihrer Lösungen ab. Während hauptsächlich mittelviskose Celluloseether, d.h. solche mit mittlerem Molekulargewicht verarbeitet werden, haben jedoch auch hoch- und niedrigviskose Celluloseether Bedeutung erlangt.

Niedrigviskose Celluloseether, die im Vergleich zu mittel- und hochviskosen Celluloseethern auch ein niedriges Molekulargewicht haben, sind grundsätzlich auf zwei verschiedenen Wegen herstellbar. Entweder geht man von einer niedermolekularen Alkalicellulose aus und verethert diese, oder man baut einen fertigen Celluloseether ab bis zu dem gewünschten Molekulargewicht.

Geht man von einer niedermolekularen Alkalicellulose aus und stellt hieraus durch Veretherung einen Celluloseether her, so wird der nachfolgende Reinigungsprozess erschwert. Der Celluloseether enthält einen erheblichen Kurzkettenanteil, welcher mit den Waschmedien stark quillt bzw. ausgewaschen wird.

Der als zweite mögliche Methode erwähnte Abbau höhermolekularer Celluloseether zu niedermolekularen, niedrigviskosen Celluloseethern kann durch die Einwirkung von Oxidationsmitteln, wie z.B. Hypochlorit oder Wasserstoffperoxid erfolgen.

Der oxidative Abbau höherviskoser Celluloseether kann im Anschluß an den Reinigungsprozeß durchgeführt werden. Somit werden Auswaschverluste und Schwierigkeiten während der Wäsche vermieden.

Nachstehend aufgelistete Schriften geben einen Überblick über die derzeit angewandten Verfahren zum Abbau höherviskoser Celluloseether nach der Veretherung und Wäsche:



Die DE 2 016 203 von The Dow Chemical Co. beansprucht ein Verfahren zur Viskositätsniedrigung von Celluloseethern mit Wasserstoffperoxid. Bei diesem Verfahren wird ein im wesentlichen trockener, frei fließender Celluloseether mit einem Wassergehalt von weniger als 5 Gew.% mit 10 - 50%iger Wasserstoffperoxidlösung gemischt und die erhaltene Mischung auf 50 bis 150°C erhitzt.

Die DE 1 543 116 der Kalle AG beansprucht ein Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser Celluloseether durch oxidativen Abbau höherviskoser Celluloseether mit Wasserstoffperoxid. Dieses Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man einen höherviskosen Celluloseether mit einer wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid mischt, wobei der Wassergehalt des Gemisches 75 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, nicht überschreitet. Das Gemisch wird dann bei Temperaturen von 100°C - 250°C bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxids getrocknet. Der Verlust der Feuchtigkeit und des Wasserstoffperoxids verlaufen hierbei nahezu parallel der Abnahme der Viskosität.

Dieses Verfahren ist gemeinsam, daß direkt aus der Abbaureaktion ein niedrigviskoser Celluloseether in trockener Pulver- oder Granulatform resultiert. Entweder wird vor der Abbaureaktion getrocknet und bei nur geringen Feuchtegehalten gearbeitet, oder aus einem feuchten Produkt hin zu geringen Feuchtegehalten gearbeitet. Der Viskositätsverlust verläuft dann nahezu parallel dem Feuchtigkeitsverlust.

Aufgabe war es, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, welches die Viskositätseinstellung direkt nach der Wäsche des Celluloseethers so erlaubt, daß die nachfolgende Trocknung, Formgebung (Mahlung, Granulierung) und Abmischung nicht beeinflußt wird, und daß die Abbaureaktion nicht durch die nachfolgenden Verfahrensschritte Trocknung, Formgebung (Mahlung, Granulierung) und Abmischung beeinflußt wird.

Diese Aufgabe konnte dadurch gelöst werden, daß man einen höherviskosen wasserlöslichen Celluloseether, wie er nach der Wäsche vorliegt, mit einer wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid mischt, wobei der Trockengehalt des Gemisches

25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, nicht überschreitet. Das Gemisch wird dann bei Temperaturen von 65 - 125°C, vorzugsweise 75 - 100°C, bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxids bewegt gehalten und anschließend getrocknet.

- 5 Durch diese Verfahren wird ein niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether erhalten. Überraschenderweise werden die nachfolgenden Verfahrensschritte zur Herstellung des verkaufsfertigen Celluloseethers wie Trocknung, Formgebung (Mahlung, Granulierung) und Abmischung nicht durch die Abbaureaktion beeinflusst. Der Feuchte- und Mahlgrad kann unabhängig von der Viskositätsniedrigung eingestellt werden.

- Unter niedrigviskosen Celluloseethern sollen hier Celluloseether verstanden werden, deren 2 %ige wässrige Lösungen bei 20°C und einem Schergefälle von  $2,55 \text{ s}^{-1}$  Viskositäten von 2 bis 400, insbesondere 2 bis 100 mPa\*s aufweisen (Haake Rotovisko).
- 15 Unter einem höherviskosen Celluloseether soll hier ein Celluloseether verstanden werden, dessen 2 %ige wässrige Lösungen bei 20°C und einem Schergefälle von  $2,55 \text{ s}^{-1}$  eine Viskosität von 100 bis 100.000, vorzugsweise 400 bis 20.000 mPa\*s, aufweist. Dabei beträgt die durch das erfindungsgemäße Verfahren bewirkte Viskositätsniedrigung im Endprodukt verglichen mit dem Ausgangsmaterial vorzugsweise
- 20 mindestens 50 %, insbesondere mindestens 70 % und ganz besonders bevorzugt mindestens 98 %.

- Als Ausgangsmaterial können ionische oder nichtionische Celluloseether dienen, wie vorzugsweise Carboxymethylcellulose, hydrophob modifizierte Carboxymethylcellulose, Hydroxyethylcarboxymethylcellulose, Sulfoethylcellulose, hydrophob modifizierte Sulfoethylcellulose, Hydroxyethylsulfoethylcellulose, hydrophob modifizierte Hydroxyethylsulfoethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, hydrophob modifizierte Hydroxyethylcellulose, Methylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxyethylsulfoethylcellulose, hydrophob modifizierte Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose, Hydroxypropylcellulose sowie Gemische oder
- 30 Derivate davon. Als Ausgangsmaterial besonders bevorzugt sind Methylhydroxy-

ethylcellulose oder Methylhydroxypropylcellulose. Vorteilhaft kommen wasserfeuchte Filterkuchen dieser Celluloseether, wie sie nach der Wäsche und Separation vorliegen, zum Einsatz.

- 5 Das Verfahren kann bequem in den üblichen Produktionsablauf der Herstellung eines Celluloseethers eingefügt werden. Das höherviskose Ausgangsmaterial wird nach der Wäsche bis zu einem Trockengehalt von 25 bis 80 Gew.-% bezogen auf das Gesamtgewicht, abgeschleudert.
- 10 Anschließend wird eine wässrige Lösung von Wasserstoffperoxid bei Temperaturen von 65 - 125°C, gegebenenfalls stufenweise, intensiv eingemischt, wobei das Mischungsverhältnis so gewählt wird, daß der Gehalt an Wasserstoffperoxid, bezogen auf die Trockensubstanz, 0,1 - 10 Gew.-% beträgt, der Trockengehalt des Gemisches 25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, nicht unterschreitet. Man hält das
- 15 Gemisch dann bei Temperaturen von 65 - 125°C, bevorzugt Temperaturen von 75 - 100°C bis zum Verbrauch von mindestens ca. 90 %, vorzugsweise von mindestens 95 % des eingesetzten Wasserstoffperoxides, bewegt. Ganz besonders bevorzugt ist es, das Gemisch bis zum völligen Verbrauch des Wasserstoffperoxides bewegt zu halten. Die weiteren Verfahrensschritte wie Additivierung, Vernetzung mit Dialdehyden, Verdichtung, Trocknung und Mahlung können dann in gewohnter Weise
- 20 durchgeführt werden.

- Bevorzugt wird in dem Verfahren ein höhermolekularer Celluloseether mit einem Trockengehalt von 35 - 80 Gew.-%, besonders bevorzugt von 40 - 55 Gew.-% bezogen auf die Gesamtmenge, eingesetzt.
- 25

- Zum Abbau des höherviskosen Celluloseethers werden 0,1 bis 10 Gew.-% Wasserstoffperoxid, bezogen auf den trocknen Celluloseether, eingesetzt, bevorzugt wird man mit 0,2 bis 2,5 Gew.-%, besonders bevorzugt mit 0,5 bis 1,8 Gew.-%
- 30 Wasserstoffperoxid, bezogen auf den trockenen Celluloseether, arbeiten.

Aus der Abbaureaktion resultieren je nach Ausgangsmaterial Produkte, deren 2 gew.-%ige wässrige Lösungen saure pH-Werte von 3 bis 5 aufweisen. Es hat sich hier als sinnvoll erwiesen, vor, während oder nach der Abbaureaktion, in jedem Fall jedoch vor jedem weiteren Verarbeitungsschritt wie Trocknung oder Formgebung, die Einstellung des pH-Wertes der Produkte durchzuführen. Besonders gute Ergebnisse werden erzielt, wenn die Einstellung des pH-Werts nach der Abbaureaktion vorgenommen wird. Die Einstellung des pH-Werts wird mit wässrigen Lösungen von Salzen vorgenommen, die einen pH-Wert von 5 bis 12 besitzen und gegebenenfalls vollständig oder in Teilen das erforderliche Wasserstoffperoxid enthalten. Diese Lösungen werden in solchen Mengen dem Reaktionsgemisch zugesetzt, daß der pH-Wert des Gemischs nach der Zugabe auf größer 4,5, vorzugsweise auf 6 bis 7 eingestellt ist. Vorteilhafterweise werden wässrige Lösungen von Natriumdihydrogenphosphat, Dinatriumhydrogenphosphat, Trinatriumphosphat, Dinatriumcarbonat und Natriumhydrogencarbonat oder wässrige Lösungen von Gemischen dieser Salze eingesetzt. Ebenso können Alkalisalze schwacher Säuren wie insbesondere die der Zitronensäure oder Bernsteinsäure in Form von wässrigen Pufferlösungen eingesetzt werden.

Ein Vorteil des beanspruchten Verfahrens liegt darin, daß hier der eigentliche Molekulargewichtsabbau vollständig von einer nachfolgenden Trocknung entkoppelt ist. Dieses hat den Vorteil, daß beliebige Trocknungsaggregate mit unterschiedlichen Verweilzeitverhalten der zu trocknenden Celluloseetherpartikeln eingesetzt werden können, ohne daß ein Einfluß auf die Abbaureaktion eintritt. Des weiteren ist nur ein Aggregat, der Mischer, in welchem die Abbaureaktion durchgeführt wird, von den korrosiven Eigenschaften des eingetragenen Wasserstoffperoxids betroffen. Insbesondere ist es möglich, Additive und Modifikatoren im Anschluß an die Abbaureaktion, jedoch vor der Trocknung in den lösungsmittelfeuchten (z.B. wasserfeuchten) Celluloseether, einzutragen. Hier sei speziell die Gruppe der Dialdehyde (wie z.B. Glyoxal) erwähnt. Diese Verbindungen werden zur Herstellung lösungsverzögerter Celluloseether eingesetzt. Ihr Einsatz zusammen mit dem für die Abbaureaktion benötigten Wasserstoffperoxid verbietet sich aufgrund ihrer Oxidationsempfind-

lichkeit. Auch ist es möglich, nach der Abbaureaktion und vor der Trocknung oligomere oder polymere oxidationsempfindliche Substanzen (z.B. Polysaccharide, Polysaccharidether, Polyvinylalkohol, Polyester, Polyamide) einzumischen.

- 5 Die nachfolgenden Beispiele sollen die vorliegende Erfindung weiter erläutern.

**Beispiele 1-4**

Jeweils 5 kg Methylhydroxyethylcellulose mit einem Gehalt an Methoxygruppen von 24,2 - 30,5 % und einem Gehalt an Hydroxyethoxygruppen von 7,5 - 14,8 % und einem Feuchtegehalt von 50 - 53 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge und mit einer in der folgenden Tabelle angegebenen Viskosität, gemessen an 2 gew.-%igen wässrigen Lösungen bei 20°C bei einem Schergefälle von 2,55 s<sup>-1</sup> (Haake Rotovisko), wurden mit 800 ml wässriger Wasserstoffperoxidlösung besprüht. Das so erhaltene Gemisch wurde 6 Stunden bei 75°C bewegt gehalten und anschließend getrocknet.

Die jeweils angewandte Wasserstoffperoxidmenge, die Ausgangsviskosität und die Endviskosität ist aus der Tabelle zu entnehmen. Die Mengenangaben beziehen sich auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose.

Lfd. Nr.	Ausgangsvis- kosität (mPa*s)	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> Gew.-%	Zugabe Endviskosität (mPa*s)
1	7.100	0,5	134
2	7.100	1,0	70
3	7.100	1,5	21
4	400	1,5	6

**Beispiele 5-7**

Jeweils 5 kg Methylhydroxyethylcellulose mit einem Gehalt an Methoxygruppen von 21,4 - 26,1 % und einem Gehalt an Hydroxyethoxygruppen von 5,9 - 9,8 % und einem Feuchtegehalt von 52 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge und mit einer in der folgenden Tabelle angegebenen Viskosität, gemessen an 2 gew.-%igen wässrigen Lösungen bei 20°C bei einem Schergefälle von 2,55 s<sup>-1</sup> (Haake Rotovisko), wurden mit 500 ml wässriger Wasserstoffperoxidlösung besprüht. Die angewandte

Wasserstoffperoxidmenge betrug 1 Gew.-%, bezogen auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose. Das so erhaltene Gemisch wurde bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxid bewegt gehalten und anschließend getrocknet.

- 5 Die jeweiligen Reaktionstemperaturen, Reaktionszeiten, die Ausgangsviskositäten und die Endviskositäten sind aus der Tabelle zu entnehmen.

Lfd. Nr.	Ausgangsviskosität (mPa*s)	Endviskosität (mPa*s)	Reaktionstemperatur (°C)	Reaktionszeit (h)
5	6.000	40	75	6
6	6.000	34	85	5
7	6.000	36	95	3

10 Beispiele 8-10

- Jeweils 5 kg Methylhydroxyethylcellulose mit einem Gehalt an Methoxygruppen von 21,4 - 26,1 % und einem Gehalt an Hydroxyethoxygruppen von 5,9 - 9,8 % und einem Feuchtegehalt von 52 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge und mit einer in
- 15 der folgenden Tabelle angegebenen Viskosität, gemessen an 2 gew.-%igen wässrigen Lösungen bei 20°C bei einem Schergefälle von  $2,55 \text{ s}^{-1}$  (Haake Rotovisko), wurden mit 500 ml wässriger Wasserstoffperoxidlösung besprüht. Das so erhaltene Gemisch wurde 3 Stunden bei 95°C bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxid bewegt gehalten und anschließend mit 250 ml einer wässrigen Lösung von Dinatriumhydrogenphosphat und Dinatriumcarbonat besprüht und weitere 60 Minuten gemischt.
- 20 Anschließend wurde getrocknet.

- Die jeweiligen Ausgangsviskositäten und die Endviskositäten, die angewandten Mengen an Dinatriumhydrogenphosphat und Dinatriumcarbonat, sowie die pH-Werte
- 25 2 gew.-%iger Lösungen der Produkte und die angewandte Wasserstoffperoxid-

menge sind aus der Tabelle zu entnehmen. Die Mengenangaben beziehen sich auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose.

Lfd. Nr.	Ausgangsviskosität (mPa*s)	Endviskosität (mPa*s)	Dinatriumhydrogenphosphat (Gew.%)	Dinatriumcarbonat (Gew.%)	pH-Werte 2 gew.-%iger wässriger Lösungen	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -Zugabe (Gew.%)
8	6.000	36	0,25	0,2	5,6	1,0
9	6.000	29	0,25	0,3	5,9	1,0
10	6.000	19	0,25	0,5	5,0	1,5

5

### Beispiele 11-12

- Jeweils 5 kg Methylhydroxyethylcellulose mit einem Gehalt an Methoxygruppen von 24,2 - 30,5 % und einem Gehalt an Hydroxyethoxygruppen von 7,5 - 14,8 % und einem Feuchtegehalt von 50 - 53 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge und mit einer in der folgenden Tabelle angegebenen Viskosität, gemessen an 2 gew.-%igen wässrigen Lösungen bei 20°C bei einem Schergefälle von 2,55 s<sup>-1</sup> (Haake Rotovisko), wurden mit 800 ml wässriger Wasserstoffperoxidlösung besprüht. Die angewandte Wasserstoffperoxidmenge betrug 1,5 Gew.-% bezogen auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose. Zusätzlich enthielt die Wasserstoffperoxidlösung 0,5 Gew.-% (bezogen auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose) Trinatriumcitrat. Das so erhaltene Gemisch wurde 5 Stunden bei 90°C bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxid bewegt gehalten und anschließend getrocknet.
- Die jeweiligen Ausgangsviskositäten und die Endviskositäten sowie die pH-Werte 2 gew.-%iger Lösungen der Produkte sind aus der Tabelle zu entnehmen.



Lfd. Nr.	Ausgangsvis- kosität (mPa*s)	Endviskosität (mPa*s)	pH-Werte wässriger Lösungen	2 gew.-%iger
11	400	30	4,8	
12	7.100	90	4,7	

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether durch oxidativen Abbau höherviskoser Celluloseether mit Wasserstoffperoxid, dadurch gekennzeichnet, daß man den höherviskosen Celluloseether intensiv mit einer wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid bei Temperaturen von 65 - 125°C mischt, wobei das Mischungsverhältnis so gewählt wird, daß der Gehalt an Wasserstoffperoxid, bezogen auf den trockenen Celluloseether 0,1 - 10 Gew.-% beträgt, der Feststoffgehalt des Gemisches 25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge des Gemischs, nicht unterschreitet und man das Gemisch dann bei Temperaturen von 65 - 125°C, bis zum Verbrauch von mindestens ca. 90 % des Wasserstoffperoxides bewegt hält.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung mit der wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid stufenweise erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man das Gemisch bei Temperaturen von 75 - 100°C bewegt hält.
4. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß 0,1 bis 10 Gew.-% Wasserstoffperoxid, bezogen auf den trockenen Celluloseether, bevorzugt 0,2 bis 2,5 Gew.%, besonders bevorzugt 0,5 bis 1,8 Gew.-%, eingesetzt werden.
5. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß ein höhermolekularer Celluloseether mit einem Feststoffgehalt von 35 - 80 Gew.-%, bevorzugt 40 - 55 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge aus Celluloseether und Lösungsmittel, eingesetzt wird.

- 5 6. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man vor, während oder vorzugsweise nach der Abbaureaktion durch Mischen mit einer wässrigen Lösung, die einen pH von 5 bis 12 hat und gegebenenfalls das erforderliche zur Abbaureaktion Wasserstoffperoxid gelöst enthält, den pH Wert des Gemisches auf größer 4,5, vorzugsweise 6 bis 7, einstellt.
- 10 7. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem wasserlöslichen Celluloseether um Carboxymethylcellulose, hydrophob modifizierte Carboxymethylcellulose, Hydroxyethylcarboxymethylcellulose, Sulfoethylcellulose, hydrophob modifizierte Sulfoethylcellulose, Hydroxyethylsulfoethylcellulose, hydrophob modifizierte Hydroxyethylsulfoethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, hydrophob modifizierte Hydroxyethylcellulose, Methylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxyethylsulfoethylcellulose, hydrophob modifizierte Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose, Hydroxypropylcellulose oder Gemische davon handelt.
- 15 20 8. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem wasserlöslichen Celluloseether um Methylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, hydrophob modifizierte Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose, Hydroxypropylcellulose oder Gemische davon handelt und wasserfeuchte Filterkuchen dieser Celluloseether, wie sie nach der Wäsche und Separation vorliegen, zum Einsatz kommen.
- 25 30 9. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem wasserlöslichen Celluloseether um Methylhydroxyethylcellulose oder Methylhydroxypropylcellulose handelt und wasserfeuchte Filterkuchen der

Celluloseether, wie sie nach der Wäsche und Separation vorliegen, zum Einsatz kommen.

## A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C08B11/20

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C08B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 5 480 984 A (ANGERER JOHN D ET AL) 2. Januar 1996 (1996-01-02) Seite 3, Zeile 3-30; Anspruch 3; Beispiel 4	1-4,7
Y	----	5,6,8,9
Y	DE 15 43 116 A (KALLE AG) 31. Juli 1969 (1969-07-31) in der Anmeldung erwähnt Seite 5, Zeile 2-18; Ansprüche 1-3 Seite 7, Zeile 1,2	5,6,8,9
A	DE 20 16 203 A (DOW CHEMICAL CO.) 8. Oktober 1970 (1970-10-08) in der Anmeldung erwähnt Seite 6; Anspruch 1; Beispiel 1; Tabelle IV Seite 3, Zeile 6	1-4,7
	----	
	---/---	

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"Z" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

2. Februar 2000

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

10/02/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Beauftragter

Radke, M

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 30 09 149 A (KOHJIN CO) 24. September 1981 (1981-09-24) Beispiele 23,24,27 ----	
A	GB 953 944 A (ICI) Beispiel 17 -----	

# INTERNATIONALER RESEARCHBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 99/08779

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 5480984 A	02-01-1996	AT 167488 T	15-07-1998
		AU 650273 B	16-06-1994
		AU 8023191 A	16-01-1992
		CA 2046089 A	03-01-1992
		DE 69129608 D	23-07-1998
		DE 69129608 T	15-10-1998
		EP 0465992 A	15-01-1992
		JP 2108432 C	06-11-1996
		JP 4306245 A	29-10-1992
		JP 8009680 B	31-01-1996
DE 1543116 A	31-07-1969	BE 681669 A	28-11-1966
		CH 461455 A	
		FR 1481493 A	17-08-1967
		GB 1139637 A	
		LU 51202 A	21-02-1968
		NL 6606972 A	30-11-1966
DE 2016203 A	08-10-1970	GB 1251019 A	27-10-1971
		JP 48019232 B	12-06-1973
		US 3728331 A	17-04-1973
DE 3009149 A	24-09-1981	KEINE	
GB 953944 A		KEINE	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int Jonal Application No

PCT/EP 99/08779

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C08B11/20

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C08B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 480 984 A (ANGERER JOHN D ET AL) 2 January 1996 (1996-01-02) page 3, line 3-30; claim 3; example 4	1-4,7
Y	---	5,6,8,9
Y	DE 15 43 116 A (KALLE AG) 31 July 1969 (1969-07-31) cited in the application page 5, line 2-18; claims 1-3 page 7, line 1,2	5,6,8,9
A	DE 20 16 203 A (DOW CHEMICAL CO.) 8 October 1970 (1970-10-08) cited in the application page 6; claim 1; example 1; table IV page 3, line 6	1-4,7
	--- -/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

2 February 2000

Date of mailing of the international search report

10/02/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tr 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Radke, M



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 99/08779

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 30 09 149 A (KOHJIN CO) 24 September 1981 (1981-09-24) examples 23,24,27 -----	
A	GB 953 944 A (ICI) example 17 -----	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International Application No

PCT/EP 99/08779

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5480984 A	02-01-1996	AT 167488 T AU 650273 B AU 8023191 A CA 2046089 A DE 69129608 D DE 69129608 T EP 0465992 A JP 2108432 C JP 4306245 A JP 8009680 B	15-07-1998 16-06-1994 16-01-1992 03-01-1992 23-07-1998 15-10-1998 15-01-1992 06-11-1996 29-10-1992 31-01-1996
DE 1543116 A	31-07-1969	BE 681669 A CH 461455 A FR 1481493 A GB 1139637 A LU 51202 A NL 6606972 A	28-11-1966  17-08-1967  21-02-1968 30-11-1966
DE 2016203 A	08-10-1970	GB 1251019 A JP 48019232 B US 3728331 A	27-10-1971 12-06-1973 17-04-1973
DE 3009149 A	24-09-1981	NONE	
GB 953944 A		NONE	